

話題

磁場レンズを用いたチャージニュートライザーとその効果

高橋和裕

(株)島津製作所 表面・半導体機器部

〒259-1304 神奈川県秦野市堀山下 380-1

(1999年2月8日受理)

はじめに

X線光電子分光法(XPS)を他の表面分析手法と比べた際の大きな特長として、絶縁物が容易に測定できるという点が良く挙げられます。しかしながらそれは非単色化X線を試料表面にある程度均一に照射した場合にのみ言えることで、モノクロ化されたX線を使用した場合には必ずしも「簡単に」とはいかないのが現状です。これは試料表面上の測定視野内におけるモノクロX線ビームの強度分布が不均一であることによって、場所による帯電量も不均一になることが主な原因となっています。

この不均一な帯電を補正するためには、帯電状態にある部分に外部から負電荷を供給する手法が用いられます。これまで様々な帯電補正手法が考案され、実用化されてきましたが、ここでは磁場レンズをインプットレンズに採り入れたシステムにおける帯電中和機構の概要とその効果を述べます。

1. 帯電中和機構に求められるもの

帯電した部分から発生する光電子は、帯電量に応じてそのピークエネルギーが変化します。不均一な帯電状態にある場合、様々なピークエネルギーを持つピークが同時に観測されるので結果的にピークの半値幅が大きくなり、ピーク強度とエネルギー分解能が低下します。

帯電中和機構を使用する目的は、これらピーク強度とエネルギー分解能を最大にし、また、イメージング機能を持つ装置においてはその全視野内でピークエネルギーや強度・エネルギー分解能に不自然な分布を持たせないようにすることです。

それらを実現するためには、基本的に次の条件を備えていることが重要です。

- 均一に帯電を補正するに十分な量の電子を供給できること。
 - 供給される電子は低エネルギーであること。
- また、帯電状態は試料の違いによって大きく変化します。それに加えて、全く同じ試料を測定していても、帯電量は時間とともに変化します。補正条件を常に最適な状態に保つには、
- 簡単なオペレーションで誰でもすぐに最適条件が得られること。

が不可欠です。

2. 磁場レンズとチャージニュートライザー

磁場レンズと試料周りの磁場の様子はFig.1に表されています。このように試料周辺に磁場がある場合は磁場外から電子を供給しようとしても必要な位置に電子をたどり着かせることが困難です。そのため、これまで良く使われてきた

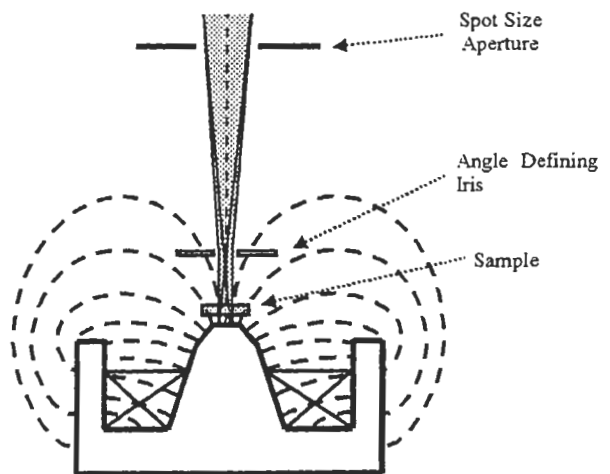


Fig. 1
Magnetic Lens — Schematic

フォーカス型エレクトロンフラッドガンは使用できません。

そこで、磁場内にある帯電個所に効率よく低エネルギー電子を供給するために、我々は電子供給源を磁場内部に配置し、磁場レンズを帯電中和機構の一部として利用するシステムを考案しました。その構成は Fig. 2 に示されています。

電子インプットレンズの底部に配置されたフィラメントから出た低エネルギー電子は、すぐに磁場中に入射されます。そして磁場の影響を受けながら試料表面に向かって進み、帯電を補正します。

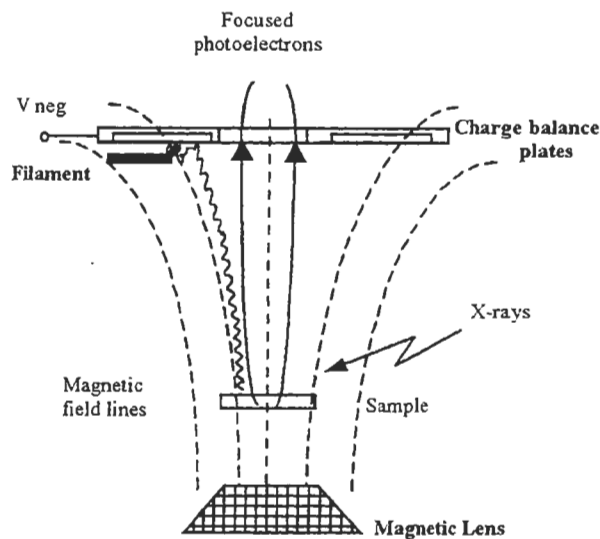


Fig. 2

Charge Neutralizer and Magnetic Lens

帯電中和用の電子は試料から出る光電子をフォーカスするために利用されるものと同じ磁力線に沿って進むため、光電子が放出される場所に正確にたどり着くことができます。

もし電子が過剰に供給された状態になった場合、フィラメントから出た電子は試料表面にできた負電荷のためにそこにたどり着くことができず、磁力線に沿って逆向き(レンズ入口方向)に移動します。しかしレンズ入口には負電位に保

たれたチャージバランスプレートと称される電極があるために、また試料のほうへ進むこととなります。これにより、中和に供されない電子は必要になるまで試料とチャージバランスプレートとの間に捕捉され、帯電補正のための電子雲を形成します。この現象は、帯電中和条件を自動的に補正する役目を担います。

3. 光電子による中和

X線照射によって励起され、試料表面から放出された大量の光電子のうち、ある選択されたエネルギーのもののみがインプットレンズに採り込まれます。それよりもエネルギーの高いものや低いものはそれぞれ磁場レンズによってアンダーフォーカス、オーバーフォーカスされ、インプットレンズに入らずにチャージバランスプレートに衝突します。高エネルギー電子はそこで低エネルギーの2次電子を生み、その2次電子が再度試料側に移動して帯電を中和します。低エネルギー電子はチャージバランスプレートの負電位のためにそのまま再度試料側へ戻り、同じく帯電を中和します。

このように帯電を起こす原因となる光電子も中和に利用することが可能であり、フィラメントからの電子のみで中和する方式に比べて中和効率が高くなっています。

4. 実際の効果

上に示したように、このシステムでは場所による帯電量の違いがあってもそれを均一に中和することが可能で、微少部分析のみならずマクロエリア測定時にも非常に高いエネルギー分解能を持つスペクトルが得られます。試料をホルダーにマウントする際にも特別な調整(試料サイズを小さくしたり、メッシュやマスクを乗せたり)は必要ありません。絶縁物に対するエネルギー

一分解能をチェックするための試料として良く用いられるPET(Poly-ethylene terephthalate)のC1sスペクトルでは700×300 μm エリアのマクロ測定時にO-C=O (ester)ピークの半値幅が0.68eV以下で観測されます。(Fig. 3)

XPS イメージを測定する場合も視野内全てが均一に中和され、大きな視野で測定する際もX線の強度分布による中和条件のばらつきがありません。これはいくつかの文献で報告されています。[1], [2], [3]

また、構造上インプットレンズと中和機構が同軸上に配置されているので、角度分解測定を行う際にも中和条件を調整すること無しに測定が可能です。

X線によるダメージが懸念される試料においては中和機構による試料損傷も問題になることがあります。この中和機構では中和に使用される電子のエネルギーが1~2V程度であるので、試料に与えるダメージは少なくなっています。Fig. 4にCellulose nitrateを用いて中和機構による試料ダメージを評価したデータを示します。

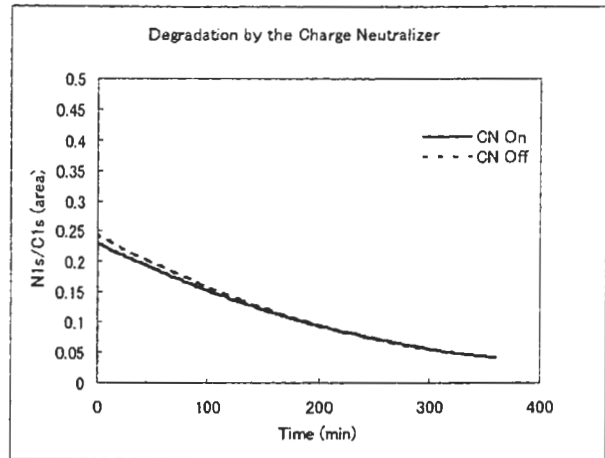


Fig. 4
Ni1s/C1s area ratio vs. total acquisition time.
Data with neutralizer on and off between each acquisition. Note that each acquisition time was 5 minutes with 7 minutes interval.
Excitation source; monochromated AlK α
Specimen; Cellulose nitrate

参考文献

- [1] B. J. Tielsch and J. E. Fulghum, *Surf. Interface Anal.* **24**, 422 (1996)
- [2] B. J. Tielsch, J. E. Fulghum and D. J. Surman, *Surf. Interface Anal.* **24**, 459 (1996)
- [3] 藤井岳直、大藪又茂, *分析化学* **44**, 943 (1995)

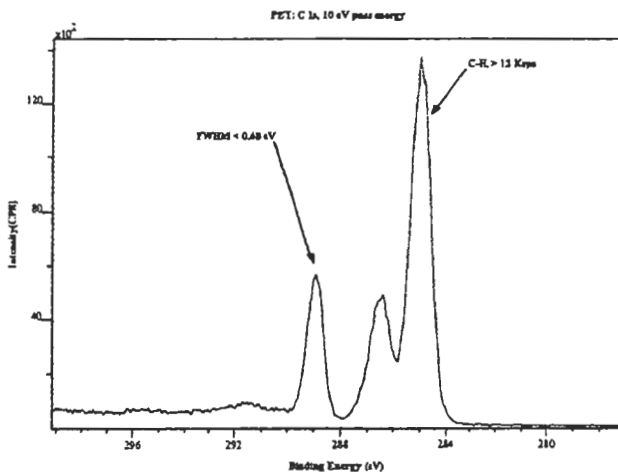


Fig. 3
C1s Spectrum; PET